

## モサプリド分析法（畜産物）

### 1. 分析対象化合物

- ・モサプリドクエン酸塩
- ・デス-*p*-フルオロベンジルモサプリド（代謝物 M1）

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

### 3. 試薬, 試液

- アセトニトリル、メタノール、ギ酸 : HPLC 用
- その他の試薬 : 特級
- 水 : 脱イオン水を Milli-Q System（Merck Millipore 製）で精製したもの
- ノナフルオロ吉草酸 : 試薬
- モサプリドクエン酸塩（モサプリドクエン酸塩二水和物として） : 分析用標準品
- 内標準物質（注） : 分析用標準品
- （注）内部標準物質：(±)-4-amino-5-chloro-2-ethoxy-*N*-[[4-(2-chlorobenzyl)morpholinyl]methyl]benzamide

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料5.0 g に10 µg/mLの内部標準溶液40 µLを添加し、アセトニトリル20 mL及び塩化ナトリウム0.5 gを加え、ホモジナイズした後、遠心分離する。得られた抽出液を一定容量分取し、これに等量の5 mmol/Lノナフルオロ吉草酸及び0.05%ギ酸溶液を合わせたものを試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

#### 1) モサプリドクエン酸塩標準溶液及び代謝物M1標準溶液の調製

モサプリドクエン酸塩標準品及び代謝物M1標準品をメタノールに溶解し、各100 µg/mLの標準原液を調製する。調製した標準原液をそれぞれ等量ずつ混合し、メタノールで希釈して10 µg/mLの標準溶液を調製する。

#### 2) 内部標準溶液の作成

内部標準物質をアセトニトリルに溶解し、100 µg/mLの標準原液を調製する。調製し

た標準原液をアセトニトリルで希釈して10 µg/mLの標準溶液を調製する。

### 3) ブランク試料溶液の作成

ブランク試料\*5.0 gにアセトニトリル20 mL及び塩化ナトリウム0.5 gを加え、ホモジナイズした後、遠心分離する。得られた抽出液から10 mLを分取し、5. 2) の内部標準溶液20 µLを加え、0.02 µg/mLの内標準物質を含むブランク試料溶液を調製する。

\*) 薬剤の残留が無いことが明らかな臓器等

### 4) 検量線の作成

3) の溶液を用いて、1) のモサプリドクエン酸塩標準溶液を希釈し、0.001~0.4 µg/mLの中間標準溶液を調製する。調製した中間標準溶液及び5 mmol/Lノナフルオロ吉草酸含有0.05%ギ酸溶液をそれぞれ等量ずつ混合し、0.0005~0.2 µg/mLの標準溶液を数点調製する。それぞれLC-MS/MSに注入し、ピーク面積比に基づく内部標準法により検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、5. 4) の検量線を用いて含量を定量する。

## 7. 測定条件

(例)

機器	: Agilent 1100 System、 Sciex API 3000
カラム	: TSK-GEL SUPER ODS 2.3 µm、 2.0 mm i.d. × 100 mm (東ソー製)
カラム温度	: 40 °C
移動相	: アセトニトリル及び 5 mmol/L ノナフルオロ吉草酸含有 0.05% ギ酸溶液 (2 : 3)
流量	: 0.2 mL/min
注入量	: 10 µL
保持時間の目安	: モサプリドクエン酸塩 ; 2.1 分 代謝物 M1 ; 1.5 分 内部標準物質 ; 2.1 分
イオン化モード	: ESI (positive)
イオン検出法	: MRM 法

モニタリングイオン	:	<table border="1"><thead><tr><th></th><th>プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)</th><th>プロダクトイオン (<i>m/z</i>)</th></tr></thead><tbody><tr><td>モサプリドクエン酸塩</td><td>422.3</td><td>198.1</td></tr><tr><td>代謝物 M1</td><td>314.3</td><td>198.3</td></tr><tr><td>内部標準物質</td><td>438.3</td><td>198.2</td></tr></tbody></table>		プリカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )	モサプリドクエン酸塩	422.3	198.1	代謝物 M1	314.3	198.3	内部標準物質	438.3	198.2
	プリカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )												
モサプリドクエン酸塩	422.3	198.1												
代謝物 M1	314.3	198.3												
内部標準物質	438.3	198.2												

8. 定量限界

0.004 µg/g

9. 添加回収を実施した食品

馬（筋肉、脂肪、肝臓、腎臓及びその他の食用部分（小腸））

10. 留意事項

特になし

※本分析法は、畜産物における残留試験等において用いられた残留分析法であり、新たな試験法の開発等の際して参考として下さい。なお、当該分析法をもとに開発した試験法を食品規格への適合判定のために使用する場合には、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について（平成 22 年 12 月 24 日薬食発 1224 第 1号）」に従って使用する試験法の妥当性を評価する必要があります。